УДК. 621.365.+785.539+179.1

А.Н. СИМОНЕНКО, Д.М. КУЗНЕЦОВ, С.А. ПАШКО

МОНИТОРИНГ ПРОЦЕССА «СТАРЕНИЯ» РАСПЛАВА СОЛЕЙ ПРИ КАРБОТИТАНИРОВАНИИ В ИНДУКЦИОННЫХ СОЛЯНЫХ ПЕЧАХ-ВАННАХ

Рассмотрено исследование процесса карботитанирования в многокомпонентном расплаве солей в высокочастотном электромагнитном поле. Экспериментально показана возможность контроля «старения» расплава солей с помощью метода акустической эмиссии.
Ключевые слова: *химико-термическая обработка (ХТО), индукционная соляная ванна, «старение» расплава солей, акустическая эмиссия.*

Введение. Известно, что диффузионное титанирование позволяет значительно повысить коррозионную стойкость, кавитационную стойкость, твердость и износостойкость сталей. Однако одним из существенных недостатков диффузионного титанирования является большая длительность процесса насыщения [1].

Опыт промышленного использования для ХТО индукционных соляных печей-ванн (ИВС) показал значительное сокращение времени диффузионного насыщения [2]. Поэтому для интенсификации процесса титанирования рационально использовать ИВС. Поскольку при насыщении в ИВС происходит принудительное науглероживание обрабатываемых сталей, то процесс титанирования по сути является карботитанированием.

Ранее было установлено [3], что при ХТО в ИВС наблюдается процесс «старения» расплава солей, что в значительной мере сказывается на результатах ХТО — структуре, фазовом составе, толщине слоя и др.

Известно, что эксплуатационные свойства титановых слоев в значительной степени зависят от перечисленных выше параметров, поэтому при проведении карботитанирования необходимо строго контролировать процесс «старения» расплава солей.

В настоящее время контроль процесса «старения» на производстве осуществляется по микроструктуре образцов-«свидетелей», обрабатываемых совместно с деталями. Однако этот способ длителен, трудоемок и не обеспечивает постоянного контроля работы соляной ванны.

В научной литературе имеются сведения о применении метода акустической эмиссии (АЭ) для исследования фазовых превращений в металлах и сплавах. Имеются также сведения об эффектах, которые происходят в жидком сплаве и связаны со сменой вязкости вследствие увеличения координационного числа [4]. Так как в результате «старения» в расплаве солей происходят изменения в строении и составе расплава солей, то представляется возможность контроля этого процесса с помощью метода АЭ.

Постановка задачи. Определение изменения характера и интенсивности диффузионного насыщения при карботитанировании методом акустической эмиссии в процессе технологического «старения» насыщающей среды ИВС.

Методика проведения исследований. Исследование проводили на образцах (Ø15×2 мм) из стали 60. Перед обработкой образцы полировали до R_a = 0,4 мкм, промывали в бензине и спирте, затем высушивали. Карботитанирование проводили в расплаве солей 90 %KCl + 10 % (TiO_2 , TiC, Ti, FeTi, $BaTiO_3$). Температура расплава солей —1000 ºС, время изотермической выдержки —1 ч. Диффузионное насыщение производилось в индукционной соляной печи-ванне с графитовым тиглем модели ИВС–ЛГ 0,4/0,6, подключенной к установке ТВЧ модели ЛЗ–13 (частота генерации 440 кГц). Температура измерялась и автоматически регулировалась при помощи термопары ТПП и регулятора температуры Ш4501.

Контроль процесса технологического «старения» насыщающей среды осуществляли методом АЭ. Образцы монтировали и подвешивали в ИВС на стальной пластине, с закрепленным на ней датчиком акустико-эмиссионного комплекса A-Line 32.

Комплекс A-Line 32 представляет собой многоканальную систему регистрации событий АЭ и позволяет проводить параллельно до 8 экспериментов. Частотный диапазон используемых пьезодатчиков составлял 100-500 кГц. Исследуемый образец в процессе расплавления соли и последующих процессов (засыпка карбюризатора, добавление соли, охлаждение печи) не соприкасался со стенками графитового тигля, следовательно, регистрируемые акустические сигналы не были «паразитными» и являлись результатом исключительно физико-химическмх процессов химико-термической обработки металла в индукционных соляных печах-ваннах.

Микроструктурный анализ поверхностных слоев и сечения образцов производили на металлографическом микроскопе МИМ-8. Для исследования микроструктуры образцы полировали и подвергали травлению в 4%-ом спиртовом растворе HNO_3.

Результаты исследования и их обсуждение. Металлографический анализ образцов показал, что после карботитанирования на поверхности образцов образовались сплошные, плотные, хорошо сцепленные с основой светлые слои, не окисляющиеся при травлении.

Средняя толщина карботитанового слоя, полученная на образцах за 1 ч, при ХТО в ИВС составила 0,010…0,012 мм, что практически соответствует толщине титанового слоя, полученного при жидкостном титанировании в тигельных соляных печах-ваннах (тигель металлический, расплав 90 % NaCl и 10 % TiO_x, под защитой аргона, выдержка 4 ч).

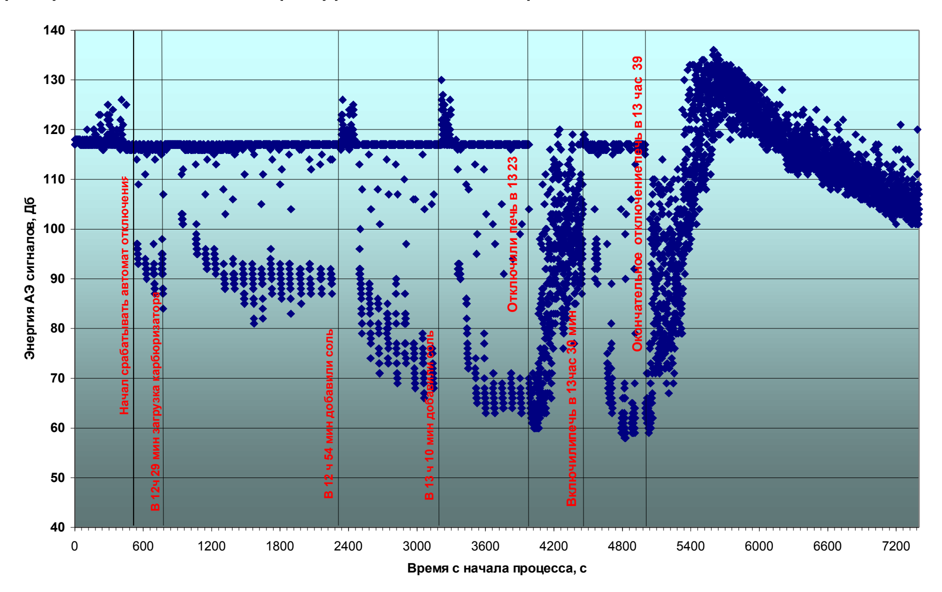
Таким образом, можно констатировать, что ХТО в ИВС позволяет в четыре раза сократить время диффузионного насыщения при значительном упрощении технологии обработки.

Экспериментальное исследование показало, что в процессе эксплуатации ИВС с графитовым тиглем при карботитанировании наблюдается снижение активности процесса насыщения образцов в соляной ванне. По-

лученные методом АЭ данные позволяли с помощью компьютера фиксировать малейшие изменения в процессе КИХТО. Однако при включении установки ТВЧ на нагрев графитового тигля процесс контроля прекращался вследствие высокого уровня помех. Имеющиеся на приборе АЭ фильтры нейтрализовать «шумы» ТВЧ не смогли. Для исследования использовали «паузы» в работе установки ТВЧ.

С момента начала разогрева печи зарегистрировано индуцирование акустических сигналов, причем их характеристики, в частности, амплитуда, энергия и длительность, с самого начала свидетельствовали о многостадийности и интенсивности процесса. Изменение энергии сигналов АЭ на различных стадиях процесса обработки металлического образца в соляной печи-ванне лишь в незначительной мере иллюстрирует все информационное многообразие акустико-эмиссионного метода (рисунок).

Далее будет проанализирована динамика параметров АЭ на каждой стадии. Тем не менее, следует указать, что во время нахождения печи под током возникающая наводка существенно затрудняла проведение измерений. В частности, в период разогрева печи активность АЭ составляла единицы сигналов ввиду их высокой длительности, превышающей порог дискриминации аппаратуры. Тем не менее, такой параметр, как количество осцилляций, достаточно эффективно отражал процесс набора температуры образцом. В момент выхода печи на заданный уровень температур срабатывал автоматический регулятор набора мощности, печь отключается на 30-40 секунд. Даже кратковременное отключение печи приводит к некоторому снижению температуры в тигле и образце.



Изменение энергии сигналов АЭ на различных стадиях процесса ХТО металлического образца в ИВС

В отсутствие электрических наводок в этот период все акустико-эмиссионные параметры отражают динамику остывания печи. И если дли-

тельность сигналов и амплитуда имеют тенденцию к снижению, то активность АЭ (число импульсов в секунду) растет, достигая некоторого порога насыщения. Интересно отметить, что по мере расходования реагентов (соль частично испаряется и частично реагирует с поверхностью металлического образца) длительность сигналов снижается менее интенсивно. Так, в начальный период насыщения (10 час 44 мин) параметр T_0 через 10 секунд после отключения печи составлял 2000 мкс, в середине процесса (10 час 59 мин) уже 10000 мкс, а на заключительной стадии процесса – 25000 мкс. Поскольку длительность акустического сигнала связана с активностью обратно пропорциональной зависимостью, мы наблюдаем снижение активности сигналов на различных этапах процесса. В случае добавления реагентов в тигель ожидаемого возвращения динамики АЭ сигналов не происходит, что связано, по-видимому, со снижением химической активности поверхности металлического образца и насыщением активных центров. Наиболее наглядно это видно по изменению количества осцилляций при отключении печи. В начальный период, когда активность поверхности высока, химическое взаимодействие расплава солей с металлом индуцирует значительное количество слабых сигналов АЭ, амплитуда которых не превышает пороговый уровень (осцилляции). Спустя полчаса пребывания исследуемого образца в расплаве, их химическое взаимодействие значительно снижается ввиду уменьшения количества свободных активных центров, что приводит к соответствующему снижению и количества осцилляций.

После завершения процесса и полного отключения печи наряду со снижением температуры наблюдается и постепенный рост вязкости расплава вплоть до момента застывания массы. В совокупности эти процессы легко идентифицируются как по изменению энергии сигналов АЭ, так и по изменению длительности сигналов, количества выбросов, времени нарастания и амплитуды сигналов. Следует отметить сложный характер изменения длительности сигналов АЭ. В первые секунды после отключения печи наблюдается экспоненциальное снижение длительности сигналов с порогового уровня (65000 мкс) до значений 100-200 мкс, но по мере охлаждения печи длительность сигналов вновь растет, снова доходя до порогового уровня 65000 мкс.

Таким образом, несмотря на значительную напряженность высокочастотного электромагнитного поля в ИВС и попадания частоты генерации установки ТВЧ (440 кГц) в рабочий интервал частот пьезодатчика АЭ (100-500 кГц), система АЭ во время паузы в нагреве ИВС успевает восстанавливаться и продолжать контроль процессов КИХТО. При этом в течение нескольких часов имеется возможность фиксирования изменения интенсивности процессов КИХТО в ИВС. При достаточном объеме такого экспериментального материала для технологий КИХТО можно определить нормы и периодичность введения компенсирующих «старение» добавок «свежей» смеси солей. При значительном снижении активности насыщающей среды контроль методом АЭ позволяет предупредить получение бракованной продукции и задержать загрузку новой партии изделий до восстановления со-

става среды в ванне, обеспечивающего получение качественной продукции при КИХТО.

Выводы. 1. Апробирована новая технология диффузионного насыщения в многокомпонентном расплаве солей — карботитанирование в ИВС. В результате скорость диффузионного насыщения сократилась в четыре раза по сравнению с титанированием в тигельных соляных ваннах.

2. Прямыми экспериментами доказано, что при проведении ХТО в ИВС регистрируется индуцирование акустических сигналов, несмотря на значительную напряженность высокочастотного электромагнитного поля в ИВС и попадание частоты генерации установки ТВЧ в рабочий интервал частот пьезодатчика АЭ.

3. В результате экспериментального исследования получена акустико-эмиссионная информация, которая в реальном масштабе времени отражает изменения, происходящие при карботитанировании в многокомпонентном расплаве солей в результате технологического «старения». Анализ данной информации показал, что характеристики сигналов АЭ (амплитуда, энергия и длительность) свидетельствуют о многостадийности и интенсивности процесса.

4. Необходимо проведение дальнейших исследований для установления корреляционной зависимости между характеристиками процесса «старения» расплава солей и параметрами акустической эмиссии.

Библиографический список

1. *Ляхович Л.С.* Химико-термическая обработка металлов и сплавов. / Л.С. Ляхович и др.: справочник. - М.: Металлургия, 1981. - 424 с.

2. *Симоненко А.Н.* Жидкостная химико-термическая обработка в высокочастотном электромагнитном поле индукционных соляных печей-ванн / А.Н.Симоненко, С.А.Пашко, А.А.Новиков, Д.Ю.Нестеров // Действие электрических полей (электрического тока) и магнитных полей на объекты и материалы: сб. мат. Всерос. науч. семинара. - М.: ИМАШ РАН, 2002. - С.70-71.

3. *Симоненко А.Н.* Унос и летучесть расплавленных солей при «старении» в индукционных соляных печах-ваннах / А.Н.Симоненко, В.А.Курдюков, С.А.Пашко, Д.Ю.Нестеров // Интеграция отраслевой и вузовской науки: проблемы современного машиностроения: мат. Междунар. науч.-техн. конф., 2001. – Ростов н/Д: РГАСХМ, 2001. - С.160.

4. *Семашко Н.А.* Акустическая эмиссия в экспериментальном материаловедении. / Н.А.Семашко, В.И.Шпорт и др. - М.: Машиностроение, 2002. - 240 с.

Материал поступил в редакцию 17.05.08.

A.N. SIMONENKO, D.M. KUZNECHOV, S.A. PASHKO

MNOGOKOMPONENTNOE KONVEKCIONNO-INDUKCIONNOE KARBOTITANOSIANIROVANIE IN THE HEATED UP SALTS

The study of the karbotitanosianirovanie process in multycompounds melt salts, in radio-frequency electromagnetic field was considered. At was shown the possibility of checking of "diligences" melt salts by means of acoustic emission experimental method.

СИМОНЕНКО Александр Николаевич (р.1931), доцент кафедры «Материаловедение» РГАСХМ (1978), кандидат технических наук (1974). Окончил КуАИ в 1955.
Сфера научных интересов - термическое оборудование, химико-термическая обработка в высокочастотном электромагнитном поле соляных печей-ванн.
Является автором около 100 научных трудов, 5 изобретений, одной полезной модели.

КУЗНЕЦОВ Дмитрий Михайлович (р.1959), проректор по НИР РГАСХМ (2005), доктор технических наук (2002). Окончил Уральский политехнический институт имени С.М. Кирова в 1981.
Сфера научных интересов - акустическая эмиссия, химия углерода.
Автор 80 научных трудов.

ПАШКО Светлана Анатольевна, старший преподаватель кафедры «Материаловедение» РГАСХМ. Окончила РГАСХМ (1998), очную аспирантуру (2003).
Сфера научных интересов - термическое оборудование, химико-термическая обработка в высокочастотном электромагнитном поле соляных печей-ванн.
Опубликовано 16 научных работ, является автором одной полезной модели.